

A control device is disclosed comprising a metering valve, which is suitable for the continuous adjustment of the throughput of liquid nitrogen and which is suitable for the cooling of samples to cryogenic temperatures, wherein the samples can be kept cooled with high accuracy. For example, biological samples can be cooled for cryomicroscopy down to  $-150^{\circ}\text{C}$  with an accuracy of  $0,2^{\circ}\text{C}$ . The metering valve is rotatably driven by an actuator and it is smooth-running within the entire temperature range, sealed to the outside, and it transfers a very small heat flow to the liquid, which is to be cooled. The valve comprises a switch ball as a control element, wherein the switch ball is made of glass ceramics and grinded with high accuracy. The switch ball is supported in a ball seat, which is adapted and having a small contact surface and which is grinded with optical accuracy. A metal bellow is used as a connection between the switch ball and the activator, said metal bellow presses the switch ball into the ball shaped support.



DEUTSCHES  
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: 196 00 896.4  
22 Anmeldetag: 12. 1. 96  
43 Offenlegungstag: 17. 7. 97

61

DE 196 00 896 A 1

64 Anmelder:

Schneider, Gerd, Dr., 37073 Göttingen, DE; Niemann,  
Bastian, Dr., 37077 Göttingen, DE; Nieschalk, Peter,  
37073 Göttingen, DE

72 Erfinder:

gleich Anmelder

64 Regeleinrichtung mit stufenlos einstellbarem Dosierventil für kryogene verflüssigte Gase zur genauen Temperaturstabilisierung von gefrorenen Proben

57 Es wird eine Regeleinrichtung mit Dosierventil beschrieben, das für eine stufenlose Einstellung des Durchflusses von flüssigem Stickstoff geeignet ist und mit dem sich Proben auf kryogene Temperaturen abkühlen und mit hoher Genauigkeit gekühlt halten lassen. Z. B. lassen sich biologische Proben für die Kryomikroskopie auf -150°C mit einer Genauigkeit von 0,2°C einregeln. Das Dosierventil wird von einem Stellmotor drehbar angetrieben und ist im gesamten Temperaturarbeitsbereich leichtgängig, nach außen dicht und überträgt auf die zu regelnde Flüssigkeit nur einen sehr geringen Wärmefluss. Das Ventil enthält als Regelement eine mit optischer Genauigkeit geschliffene glaskeramische Schaltkugel, die mit geringer Berührungsfläche in einer angepassten, ebenfalls mit optischer Genauigkeit geschliffenen glaskeramischen Kugelpfanne mit Ein- und Auslaßbohrung lagert. Als Verbindung zwischen Schaltkugel und Stellmotor dient ein elastischer Metallbalg, der die Schaltkugel in die kugelförmige Lagerpfanne drückt.

DE 196 00 896 A 1

Die Anmeldung handelt von einer Vorrichtung mit stufenlos einstellbarem Dosierventil für kryogene verflüssigte Gase, wie z. B. für flüssigen Stickstoff, das zur genauen Temperaturstabilisierung von gefrorenen Proben eingesetzt wird.

#### Stand der Technik

Die Dosierung, d. h. die stetige und genaue Regulierung des Durchflusses, von flüssigem Stickstoff mit Ventilen bereitet erhebliche Schwierigkeiten. Üblicherweise wird mit Ventilen für flüssigen Stickstoff eine Zweipunktregelung durchgeführt, d. h. solche Ventile werden nur zwischen dem geöffnetem und geschlossenem Zustand umgeschaltet.

Hierfür werden z. B. an großen Dewar-Vorratsbehältern, aus denen flüssiger Stickstoff in kleinere Kannen abgefüllt werden soll, Kugelhähne verwendet, deren drehbare Schaltkugeln aus Kunststoff wie z. B. Teflon bestehen. Auf Grund des starken Temperaturschwankungen an solchen Ventilen sind solche Kugelhähne bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs meist extrem schwergängig, insbesondere zeigen sie hohe Haftreibung, da sie Materialien unterschiedlicher Wärmeausdehnung enthalten und die Materialien sich unterschiedlich stark zusammenziehen oder aber solche Ventile sind, wenn sie leichtgängig sind, bei kryogenen Temperaturen auch nach außen hin undicht und lecken.

Andere Ventile benutzen das Prinzip eines Schiebers. Ein Schieber oder eine Membran wird mit Hilfe eines Elektromagneten vom Ventilsitz abgehoben oder schließt die Öffnung eines Ventilsizes. Damit der Ventilteller oder die Membran eines Ventils nicht durch Verunreinigungen von Eiskristallen, die sich immer im flüssigen Stickstoff befinden können, festfrieren, oder aber Eiskristalle sich im Schieber auf dem Ventilsitz oder der Membran ablagern und so ein dichter Verschluss des Ventils trotz starken Anpreßdruckes auf Schieber oder Membran unmöglich wird, wird ein solches Ventil z. B. mittelbar über die Schubstange kontinuierlich geheizt (Heizleistung kleiner Ventile z. B. typisch 10 Watt). Dies hat natürlich einen merklichen Stickstoffverlust zur Folge. Will man den Verbrauch an Flüssigkeit durch Verdampfen vermeiden, so darf keine Wärme auf Ventilteller oder Membran übertragen werden und die Ventile sind ungeeignet für eine kontinuierliche Regulierung und feine Dosierung des Durchflusses flüssigen Stickstoffs. Zudem sind diese Ventile sehr teuer (Listenpreis 1995 ca. 15000 DM).

Im ungeheizten Zustand sind die beschriebenen Ventile ungeeignet für eine kontinuierliche Regulierung und feine Dosierung des Durchflusses von flüssigem Stickstoff. Eine solche Regulierung wird aber benötigt, wenn z. B. ein Objekt in der Probenkammer eines Kryoröntgenmikroskops auf eine Temperatur von  $-150^{\circ}\text{C}$  mit einer Genauigkeit von besser  $0,2^{\circ}\text{C}$  geregelt werden soll. Solch geringe Temperaturschwankungen müssen erzielt werden, damit thermische Driftbewegungen der Objekte im Zeitraum von einigen Sekunden nicht zu Bewegungsunschärfen im Bild der Objekte führen können. Je nach Wärmelast in der Probenkammer sind hierzu Durchflußmengen von z. B. etwa 1–3 Liter pro Stunde nötig, und es ist klar, daß demgegenüber der Verlust an Stickstoff, durch Wärmeübergang von Außen auf das Dosierventil verursacht, vernachlässigbar gering sein soll.

Für den Temperaturbereich von  $30^{\circ}\text{C}$  bis zur Temperatur des flüssigen Heliums soll eine Vorrichtung mit stufenlos einstellbarem, stets leichtgängigem und dicht schließendem Dosierventil für kryogene verflüssigte Gase wie z. B. flüssigen Stickstoff gefunden werden, das sich für feine Dosierung des Durchflusses einer kryogenen Flüssigkeit in einer Zuleitung zu einer Kryoprobenkammer eignet, eine geringe eigene Wärmelast auf die kryogene Flüssigkeit ausübt und mit dem z. B. bei Durchflußmengen von wenigen Litern pro Stunde die Temperatur einer in der Probenkammer befindlichen gefrorenen Probe auf  $-150^{\circ}\text{C}$  mit einer Genauigkeit von besser als  $0,20^{\circ}\text{C}$  einregelbar ist.

#### Wesentliche Merkmale der gefundenen Lösung des Hauptanspruchs

Die Vorrichtung enthält ein Dosierventil aus einer Glaskeramik. Das Dosierventil enthält als Regelement eine mit optischer Genauigkeit geschliffene glaskeramische Schaltkugel, die in einer angepaßten, ebenfalls optischer Genauigkeit geschliffenen glaskeramischen kugelförmigen Lagerpfanne mit Ein- und Auslaßbohrung lagert. Die Berührungsfläche der Schaltkugel in der Lagerpfanne ist auf jeden Fall deutlich geringer als die Fläche der entsprechenden Halbkugel desselben Radius. Die Schaltkugel wird von einem mikroprozessorgesteuerten Schrittmotor drehbar angetrieben. Schrittmotor und Schaltkugel sind über eine wärmeisolierte Brücke und über einen als Andruckfeder wirkenden Metallbalg drehsteif miteinander verbunden.

#### Wesentliche Vorteile der gefundenen Lösung des Hauptanspruchs

Für den Temperaturbereich von  $30^{\circ}\text{C}$  bis zur Temperatur des flüssigen Heliums wurde eine Vorrichtung mit einem mikroprozessorgesteuerten Dosierventil gefunden, das eine geringe Wärmelast erzeugt, stets leichtgängig und nach außen dicht abschließend arbeitet, eine feine Dosierung des Durchflusses von flüssigem Stickstoff in einer Zuleitung zu einer Kryoprobenkammer erlaubt und mit dem z. B. bei Durchflußmengen von wenigen Litern pro Stunde die Temperatur der Kryoprobenkammer auf  $-150^{\circ}\text{C}$  mit einer Genauigkeit von besser  $0,2^{\circ}\text{C}$  einregelbar ist. Bei geeigneter Materialwahl eignet sich das Dosierventil auch für andere, aggressive Flüssigkeiten oder verflüssigte chemisch aggressive Gase.

#### Beschreibung der Vorrichtung an Hand von Abbildungen

Abb. 1 zeigt die vollständige Vorrichtung mit mikroprozessorgesteuertem Dosierventil, mit dem sich ein gefrorenes Objekt in einer Probenkammer auf Kryotemperatur abkühlen und temperaturnest stabil halten läßt. Die dichtenden Teile des Dosierventils der Vorrichtung können aus Metall, Kunststoff, Glas oder Glaskeramik gearbeitet sein. Metall, Kunststoff oder Glaskeramik wie z. B. MACOR® lassen sich mit normalen Werkzeugen spanend rasch und kostengünstig bearbeiten bzw. vorbearbeiten. Als Glas eignet sich am besten ZERODUR®, da es einen extrem geringen Wärmeausdehnungskoeffizienten besitzt und die Passung der Ventiltteile damit für alle in Frage kommenden Tempera-

turen am besten gewährleistet. Das Ventil enthält als Regelement eine optischer Genauigkeit geschliffene Schaltkugel (6), die in einer angepaßten, ebenfalls optischer Genauigkeit geschliffenen kugelförmigen Lagerpfanne (7) mit Ein- (9) und Auslaßbohrung (8) lagert. Die Schaltkugel (6) besitzt die Form einer Kugelkappe, die nur etwa eine Viertelkugel als Berührungsfläche mit der Lagerpfanne (7) benötigt wird. Entscheidend für die Leichtgängigkeit der Schaltkugel (6) in der kugelförmigen Lagerpfanne (7) ist, daß die Berührungsfläche auf jeden Fall deutlich geringer als die Fläche einer entsprechenden Halbkugel desselben Radius ist, da so vermieden wird, daß auf Grund immer möglicher Fehlanpassungen, die insbesondere durch Temperaturgradienten an Schaltkugel (6) und Lagerpfanne (7) erzeugt werden können, ein Klemmen der Schaltkugel (6) auftreten kann. Zwischen Schaltkugel (6) und kugelförmige Lagerpfanne (7) bildet sich während der Regelbewegungen ein Flüssigkeitsfilm oder ggf. durch geringfügige Verdampfung des Filmes ein Gaspolster aus, wodurch ein reibungsarmes Gleiten der Schaltkugel (6) in der kugelförmigen Lagerpfanne (7) garantiert ist (vgl. unten). Dadurch reichen kleinste Antriebsdrehmomente zur Betätigung der Schaltkugel (6) aus.

Ein Gaspolster kann entstehen, da das Ventil sich auf die Siedetemperatur des verflüssigten Gases abkühlt und da der nie vermeidbare Wärmefluß in das Ventil, der z. B. über den Metallbalg (5) stattfindet, zur einer geringfügigen Verdampfung des Flüssigkeitsfilmes führt. Dieser Zustand stellt sich zwangsläufig von selbst ein, es sei denn, das Ventil wird durch zusätzliche besondere Kühlmaßnahmen unter die Siedetemperatur der zu regulierenden verflüssigten Gases abgekühlt; dann tritt die Verdampfung des verflüssigten Gases natürlich nicht auf.

Da das Ventil im geschlossenen Zustand dicht schließend ist, kann es ständig mit Flüssigkeit gefüllt sein. Daher kann auch das Vorratsgefäß der Flüssigkeit mit untenliegendem Auslauf sich oberhalb des Ventils befinden und der statische Druck der obenliegenden Flüssigkeitssäule stets auf das Ventil wirksam sein.

Die Schaltkugel (6) wird von einem Stellmotor (1), z. B. einem Schrittmotor drehbar angetrieben. Der Stellmotor (1) und die Schaltkugel (6) sind für diesen Zweck über eine oder zwei wärmeisolierte Brücken (4) und über einen Metallbalg (5) miteinander verbunden. Der Metallbalg (5) ist in axialer Richtung wie eine Druckfeder gespannt, so daß er als Andruckfeder wirkt, die die Schaltkugel (6) stets gegen die kugelförmige Lagerpfanne (7) drückt.

Um die Regelgenauigkeit des Stellmotors (1) zu verbessern, ist dieser über ein Untersetzungsgetriebe (2), das am besten einen spielfreien Friktionstrieb enthält, mit dem Metallbalg (5) drehsteif verbunden. Auf diese Weise sind Drehwinkel von Bogenminuten reproduzierbar und spielfrei einstellbar. Dies ist insbesondere auch deswegen möglich, weil wegen der Leichtgängigkeit der Schaltkugel (6) nur geringste Haftreibungskräfte zu überwinden sind. Als Stellmotor (1) kann daher ein Mikroschrittmotor (mit einem Volumen von typischerweise einigen cm<sup>3</sup>) mit einer typischen Antriebsleistung von unter einem halben Watt benutzt werden. Der Stellmotor (1) selbst wird am besten über einen programmierbaren "ein-Chip" Mikroprozessor angesteuert, die auf dem Markt mit Interpretercompiler für die allereinfachste und bekannte Programmiersprache BASIC angeboten werden (z. B. der STAMP<sup>®</sup>-Chip von Parallax Inc. USA) und die daher extrem einfach und schnell zu pro-

grammieren sind. Der Mikroprozessor fragt verschiedene elektrische Temperatursensoren ab, die z. B. aus Platin-Meßwiderständen bestehen. Solche Platin-Meßwiderstände sind auch als "PT100" bekannt, wenn der Nominalwert des Widerstands 100 Ohm beträgt.

Die Probenkammer (16) enthält z. B. auf einer Metallzunge (17) das zu temperierenden Objekt (11) und direkt daneben auf der Metallzunge (17) einen Temperatursensor als Monitor (10). Zusätzlich kann sich noch ein Temperatursensor (13) freitragend unter einem Überlaufkanal (12) außerhalb der Probenkammer (15) und ein weiterer Temperatursensor (15) unterhalb der Auslaufhöhe des Überlaufkanals (12) freitragend innerhalb der gekühlten Probenkammer (16) befinden. Diese freitragend angeordneten Temperatursensoren fungieren als Überlausensor (13) bzw. Füllstandsensor (15), die bei Berührung mit der Kühlfähigkeit (14) schlagartig ihren Widerstandswert verringern. Um diesen Effekt zu erhalten, muß man bedenken, daß derartige Platin-Meßwiderstände immer von einem sehr kleinen Meßstrom durchflossen werden. Erhöht man den Meßstrom auf einige Milliampere, so führt der Meßstrom dazu, daß die Temperatur eines Platin-Meßwiderstands sich um einige Kelvin gegenüber der Umgebungsluft erhöht. Bei Benetzung mit einem Tropfen Kühlfähigkeit ändert sich dann der Widerstandswert schlagartig.

Um eine Verstopfung der Regelspalte des Ventils z. B. durch Eisschlamm zu verhindern, ist es möglich, den Stellmotor so zu programmieren, das er kleinste alternierende Drehbewegungen ausführt. Eisschlammablagerungen an den Verengungen der Ventilspalte werden auf diese Weise fortgeschoben und somit vermieden. Wegen der kleinen möglichen Schrittweite arbeitet das Regelventil über einen sehr großen Regelbereich bis hinab zu wenigen ml Durchfluß pro Minute.

Um die Wärmeübertragung aus der Umgebungsluft auf das Dosierventil so gering wie möglich zu halten, befindet es sich in einem zweiteiligen wärmeisolierenden Gehäuse (3) mit Halteflansch (18) zur Befestigung des Getriebes (2) unter dem Stellmotor (1). Die Durchführung der Antriebswelle des Getriebes (2) in das wärmeisolierende Gehäuse (3) ist mit einer Wellendichtung (19) verschlossen, um ein Eindringen von Luftfeuchtigkeit in das Innere des Gehäuses (3) und damit eine Vereisung im Inneren zu vermeiden.

#### Bezugszeichenliste

- 1 Stellmotor
- 2 Untersetzungsgetriebe
- 3 Wärmeschutzgehäuse
- 4 wärmeisolierende Brücke
- 5 Metallbalg
- 6 Schaltkugel
- 7 kugelförmige Lagerpfanne
- 8 Ventilauslaß
- 9 Ventileinlaß
- 10 Temperaturfühler
- 11 zu kühlendes Objekt
- 12 Überlauf
- 13 Überlauffühler
- 14 Kühlfähigkeit
- 15 Füllstandsfühler
- 16 gekühlte Probenkammer
- 17 Probenhalter
- 18 Halteflansch
- 19 Wellendichtung

## Patentansprüche

1. Regeleinrichtung für den Temperaturbereich von Raumtemperatur bis zur Temperatur von flüssigem Helium, gekennzeichnet dadurch,
  - daß ein Dosierventil mit einer drehbaren Schaltkugel (6) und eine paßgenaue kugelförmige Lagerpfanne (7) als Ventilsitz vorhanden ist, wobei die Berührungsfläche der Schaltkugel (6) die Gestalt einer Kugelkappe besitzt, deren Fläche deutlich geringer ist als die Fläche einer Halbkugel,
    - daß die genannte Schaltkugel (6) und/oder die genannte Lagerpfanne (7) des Ventils aus spanend bearbeitbarer Glaskeramik besteht,
    - daß die genannte Schaltkugel (6) mittels eines elastischen Metallbalgs (5) drehsteif mit einem Stellmotor (1) verbunden ist,
    - daß der genannte Metallbalg (5) die Schaltkugel (6) in die kugelförmige Lagerpfanne (7) drückt,
    - daß der genannte Stellmotor (1) von einem Mikroprozessor gesteuert wird,
    - daß der genannte Mikroprozessor mit Temperatursensoren (10) verbunden ist und diese abfragt,
    - daß das Dosierventil sich in einem wärmeisolierendem Gehäuse (3) befindet.
2. Regeleinrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß sich zwischen Metallbalg (5) und Schaltkugel (6) und/oder zwischen Metallbalg (5) und Stellmotor (1) eine wärmeisolierende Brücke (4) befindet.
3. Regeleinrichtung einem der Ansprüche 2 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß der Stellmotor (1) ein Schrittmotor ist.
4. Regeleinrichtung einem der Ansprüche 2 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß der Stellmotor (1) ein spielfreies Untersetzungsgetriebe (2) enthält.
5. Regeleinrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß sich mindestens ein freitragend angeordneter ungeheizter oder geringfügig geheizter Temperatursensor unter einem Überlaufkanal (12) der Probenkammer (16) befindet und als Überlauffühler (13) fungiert.
6. Regeleinrichtung einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß sich mindestens ein freitragend angeordneter ungeheizter oder geringfügig geheizter Temperatursensor in der zu Probenkammer (16) befindet und als Füllstandsfühler (15) fungiert.
7. Regeleinrichtung einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet dadurch, daß sich an dem Gehäuse (3) eine Wellendichtung (19) befindet.
8. Regeleinrichtung einem der Ansprüche 1 bis 7, gekennzeichnet dadurch, daß das Schaltkugel und Lagerpfanne des Dosierventils aus Glas, Metall oder Kunststoff bestehen.

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

